 <p style="text-align: center;">MLF Experimental Report</p>	提出日(Date of Report) 2024/4/12
課題番号(Project No.) 2023BM0009 実験課題名(Title of experiment) SANS 測定によるシリカフィラのカップリング剤層の評価 実験責任者名(Name of principal investigator) 影澤幸一 所属(Affiliation) (株)レゾナック高分子研究所材料科学解析センター	装置責任者 (Name of responsible person) 能田 洋平 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA (BL20) 、出力 800kW 実施日(Date of Experiment) 2024/2/13-14

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>シリカフィラの表面処理量について分析した事例として燃焼後の重量減少を分析する方法、固体中の C 量分析により算出する方法が用いられている。</p> <p>我々は、重量減少による分析、拡散反射 IR、XPS 等を試みたが、有意差が見られないことから今回測定したいサンプルの被覆量の差異はわずかであると想定している。</p> <p>被覆量を比較する手段として中性子散乱法が有用であるかを確認した後、シリカフィラの被覆量をサンプルごとに相対比較したい。</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) シリカフィラ 表面処理量通常品 A,B (シクロヘキサノン溶液、重アセトン溶液、粉体) シリカフィラ 表面処理低減品(シクロヘキサノン溶液、重アセトン溶液、粉体) シリカフィラ 表面未処理品(シクロヘキサノン溶液、重アセトン溶液、粉体) 溶媒 シクロヘキサノン、重アセトン 2.2 実験方法(Experimental procedure) 手法: SANS 試料の準備: 試料を測定1週間前に試料セル(窓材: 石英ガラス(t=1mm、外φ 26mm)にテルモ注射針を用いて溶液約 0.3mL を充填し密封した。

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

中性子小核散乱計測の結果、シクロヘキサノン懸濁サンプル、重アセトン懸濁サンプルにおいて、シリカ粒子に由来する散乱ピークが得られた。溶媒単独の散乱を差し引いたデータを用いて解析を行った(図 1)。LowQ 側の散乱強度から、シリカ粒子の粒子径や分散状態に関する情報が得られ、表面未処理品では有機溶媒への分散性が悪く、粒子同士の凝集が示唆される結果となった。HighQ 側ではシリカフィラの表面処理状態が反映されている可能性があるが、表面処理層と紐づくピークは観測できなかった。(重アセトン懸濁サンプルではピークが検出されたが、0.5nm 程度のサイズの散乱領域であり、単分子サイズであることから不純物由来のピークと推定した。)

次にコアシェルモデルでのフィッティングを行い、シリカフィラの表面処理層の厚みについて比較検討を行った(図 2)。未処理品でシェル厚みが小さい傾向が見られたものの、処理量通常品と低減品の間では、妥当性のある結果が得られず、シクロヘキサノンと重アセトンサンプルの間での整合性もない結果となった。今後、フィッティング条件やモデルの検証を進めるとともに、サンプルの調製方法の妥当性についても検証する必要がある。

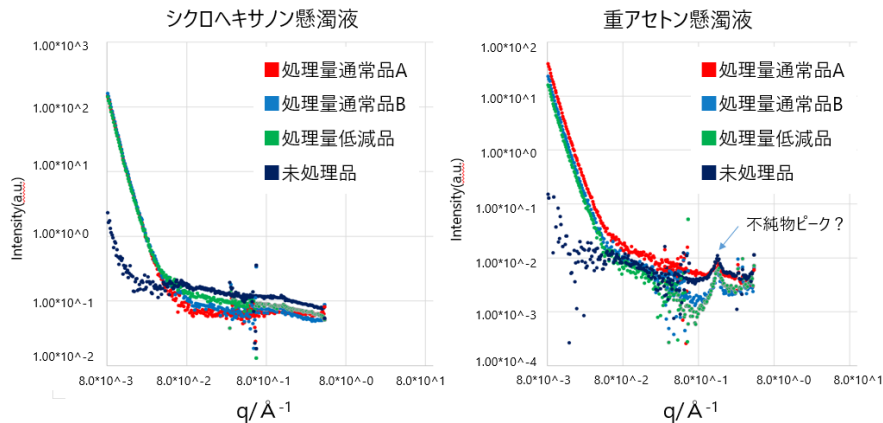


図 1 シクロヘキサノン懸濁液、重アセトン懸濁液の中性子小角散乱プロファイル

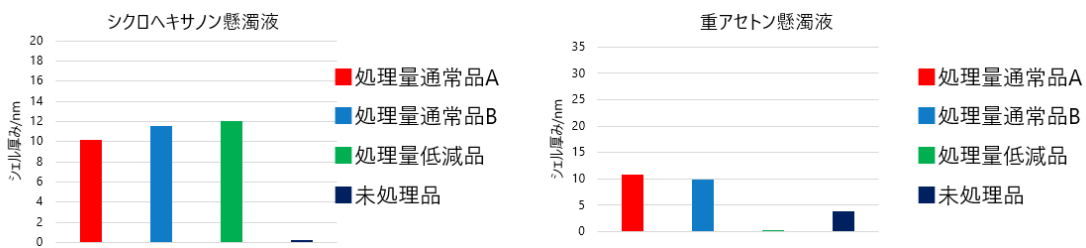


図 2 コアシェルモデルでのフィッティングによる表面処理層の厚み評価

4. 結論(Conclusions)

中性子小角散乱計測の結果、シリカフィラの粒子径や分散状態、シリカフィラの表面処理の有無については判別できる可能性が示された。しかし、表面処理量の微妙な差異を検出することはできなかった。